



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08259743 A**(43) Date of publication of application: **08 . 10 . 96**

(51) Int. Cl.

**C08L 23/00**  
**C08L 23/00**  
**C08K 9/06**  
**C09C 1/36**  
**C09C 3/12**  
**C09D 17/00**  
**C09D183/04**

(21) Application number: **07065696**(22) Date of filing: **24 . 03 . 95**(71) Applicant: **TOYO INK MFG CO LTD**

(72) Inventor: **MIYASHITA SUSUMU**  
**SAKUMA KANA**  
**HOSOKAWA MASARU**  
**KAWAMURA MASAYASU**

(54) **COLORANT COMPOSITION CONTAINING  
 TITANIUM OXIDE TREATED WITH  
 METHYLHYDROGENPOLYSILOXANE**

(57) Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a colorant composition containing titanium oxide treated with methylhydrogenpolysiloxane, being effective to make a polyolefin resin proof against yellowing otherwise occurring as a result of the deterioration of titanium oxide and a phenolic antioxidant by mixing the resin with a colorant component being titanium oxide surface-coated with methylhydrogenpolysiloxane.

**CONSTITUTION:** A polyolefin resin is colored by mixing it

with titanium oxide particles surface-coated with methylhydrogenpolysiloxane. The titanium oxide used should be rutile titanium oxide having a particle diameter distribution of 0.05-0.45 $\mu$ m and a mean particle diameter of 0.20-0.30 $\mu$ m. The methylhydrogenpolysiloxane used is desirably one having a siloxane chain length of 12 or below and is used in an amount of desirably 0.1-3 pts.wt. per pt.wt. titanium oxide. The coating is carried out by adding the methylhydrogenpolysiloxane to the titanium oxide during its grinding by means of e.g. a micronizer. The amount of the colorant added is such that 0.01-400 pts.wt. titanium oxide is added to 100 pts.wt. polyolefin resin.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-259743

(43) 公開日 平成8年(1996)10月8日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 23/00	L D E		C 0 8 L 23/00	L D E
	K F U			K F U
C 0 8 K 9/06			C 0 8 K 9/06	
C 0 9 C 1/36	P A X		C 0 9 C 1/36	P A X
3/12	P C H		3/12	P C H
審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 3 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平7-65696

(22) 出願日 平成7年(1995)3月24日

(71) 出願人 000222118

東洋インキ製造株式会社

東京都中央区京橋2丁目3番13号

(72) 発明者 宮下 進

東京都中央区京橋二丁目3番13号東洋イン  
キ製造株式会社内

(72) 発明者 佐久間 奏

東京都中央区京橋二丁目3番13号東洋イン  
キ製造株式会社内

(72) 発明者 細川 優

東京都中央区京橋二丁目3番13号東洋イン  
キ製造株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 メチル水素ポリシロキサン処理酸化チタン含有着色剤組成物

(57) 【要約】

【目的】 分散性、耐黄変性に優れた成形品を成し得るポリオレフィン着色剤組成物を提供すること。

【構成】 メチル水素ポリシロキサンで処理された酸化チタン及びポリオレフィン樹脂を含有する事を特徴とするポリオレフィン着色剤組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】メチル水素ポリシロキサンで処理された酸化チタン、及びポリオレフィン樹脂を含有する事の特徴とするポリオレフィン着色剤組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明はポリオレフィン成形品、特にポリオレフィンフィルム、シート等、薄膜の着色に適した着色剤組成物に関する。更に詳しくは本発明は特定の表面処理を施した酸化チタンを含有し、分散性、耐黄変性に優れた成形品を成し得るポリオレフィン着色剤組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、メチル水素ポリシロキサン以外の表面処理剤で処理された酸化チタンを含有する着色剤組成物を用いポリオレフィン成形品が着色されている。着色成形方法としては押出成形や射出成形がありそれぞれフィルム、シート、ブローボトル、各種成形品が広く一般に提供されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】ポリオレフィン樹脂を着色する際に使用する酸化チタンには、表面処理が施されている事が一般的である。この表面処理は無機処理（アルミナ、シリカ、チタニヤ、ジルコニヤ）があり、有機処理はポリオール系、シリコン系に大別される。ポリオレフィン樹脂中での酸化チタンの分散性は、通常の有機処理で分散性の向上は認められるが、ポリオレフィン着色成形品の黄変が防止出来ないことが従来の着色剤組成物の欠点である。

【0004】一般にポリオレフィン樹脂は酸化劣化を防止するために酸化防止剤等の安定剤として各種のフェノール誘導体が添加されている。ところが、酸化防止剤中のフェノール誘導体がポリオレフィン中に添加されると酸化チタン表面の活性サイトと結合し黄～黄褐色の物質を生成しプラスチックの黄変を起こすといわれている。また酸化チタンの存在とは無関係に暗所に長時間放置すると酸素の供給をうけ赤色のキノンに自動酸化しピンク色を呈する。窒素酸化物の存在下でフェノール系安定剤は黄褐色のニトロソフェノールを形成しポリオレフィン樹脂を黄変することがある。

【0005】従って、本発明の目的は長時間放置においても成形品の黄変が防げ、高分散性をも両立するポリオレフィン着色剤組成物を提供することである。

## 【0006】

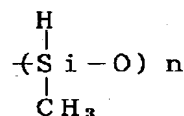
【課題を解決するための手段】本発明は有機処理メチル水素ポリシロキサンで処理された酸化チタン、分散剤及びポリオレフィン樹脂を含有する事の特徴とするポリオレフィン着色剤組成物である。本発明者らは、ポリオレフィン樹脂に対する高分散性と黄変を防止する着色剤の処方の研究を重ねた結果、ポリオレフィン樹脂にメチル

水素ポリシロキサンで処理された酸化チタン顔料にて着色することにより高分散性と耐黄変性が両立できると見だし本発明を完成した。

【0007】本発明を詳細に説明すると本発明で使用するポリオレフィン樹脂とは従来公知の樹脂である。ポリエチレンでは低密度、中密度、高密度ポリエチレンであり、ポリプロピレンではホモ、ブロック、ランダムポリプロピレンであり、これらを主体とする他の熱可塑性樹脂及びそれらの混合物である。本発明で使用する酸化チタンとは粒度分布0.05～0.45 $\mu\text{m}$ で平均粒径0.20～0.30 $\mu\text{m}$ のルチル型酸化チタンである。本発明で用いられるメチル水素ポリシロキサンは、次式で示される。

## 【0008】

## 【化1】



【0009】（式中nは正の整数を示す）

nは、12以下が好ましい。メチル水素ポリシロキサンの酸化チタンに対する表面処理量は、0.01～5重量部であることが好ましい。特に0.1～3重量部が好ましい。表面処理量が5重量部以上であると酸化チタンの分散を阻害し、また0.01重量部以下であると本発明の効果が現れない。メチル水素ポリシロキサンを酸化チタンの粒子表面に被覆するには酸化チタンをマイクロナイザー、ジェットミルなどの流体エネルギー粉碎機で粉碎する際にメチル水素ポリシロキサンを添加することにより得られる。

【0010】また、ヘンシルミキサー、スーパーミキサーなどの高剪断力混合機を用いて均一に混合し表面処理をおこなうこともできる。着色剤組成物の配合比はポリオレフィン樹脂100重量部に対し酸化チタン0.01～400重量部である。本発明で使用する分散剤は、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックスなどの低分子量ワックスおよび金属セッケン等を使用することができる。低分子量ワックスは、着色剤組成物中に0～10重量部、金属セッケンは0～5重量部が好ましい。

【0011】なお本発明のポリオレフィン着色剤組成物は上記成分以外に他の任意の顔料、紫外線吸収剤等公知の添加剤を必要に応じて添加する事ができる。

## 【0012】

【実施例】以下、実施例及び比較例を上げて本発明を詳しく説明する。

## 黄変度評価方法 (1) ブラックランプによる黄変性

(300nm～400nmの波長領域を有する20wのブラックランプ下20cmに射出成形板の資料を置き評価した。)

次の実施例及び比較例で作成された着色剤組成物にブラックランプを10日間照射後、測色色差計を用い着色組成

物の黄変度を色差 ( $\Delta E$ ) で測定した。

(2) 高温多湿法による黄変性

80℃、100%RH環境下で96時間放置後 (1) と同様に色差計にて黄変性を測定した。

【0013】実施例1

ポリエチレン樹脂 (比重0.957, MFR 6.0g/10min) 100重量部、①酸化チタン顔料 (メチル水素ポリシロキサン含量0.11%) 0.4 重量部、及びポリエチレンワックス (分子量4300, 比重0.924) 0.1 重量部、BHT

(2, 6-ジ-第4-ブチル-4-メチルフェノール) 0.1 重量部を2ロールで混練後、厚さ1mmのプレスシートを作成し上記評価方法 (1)、(2) にて評価した。

比較例1

ポリエチレン樹脂 (比重0.957, MFR 6.0g/10min) 100重量部、②酸化チタン顔料 (メチル水素ポリシロキサン処理はなされていない) 0.4 重量部、及びポリエチレンワックス (分子量4300, 比重0.924) 0.1 重量部、BHT 0.1 重量部にて実施例と同様に評価した。

【0014】

【表1】

	実施例1	比較例1
ブラックランプ $\Delta E$	0.02	0.01
高温多湿 $\Delta E$	0.13	0.28

【0015】分散性評価方法

下記の実施例及び比較例で作成した着色剤組成物をラボプラストミル (東洋精機製) 50rpm、スクリーンメッシュ40/80/120/500、温度300℃にて高密度ポリエチレン (比重0.958, MFR 0.4g/10min) を通過後の樹脂圧力 ( $P_1$ )、その後着色剤組成物600gを通 \*

\* 過ぎさせた後さらに前記の高密度ポリエチレンを通過させた樹脂圧力 ( $P_2$ )、 $P_2$  から  $P_1$  を引いた樹脂圧力差

( $\Delta P$ ) にて評価を行った。つまり  $\Delta P$  が小さい値である程酸化チタンの分散性が良好であるといえる。

【0016】実施例2

低密度ポリエチレン (比重0.917, MFR 7.2g/10min) 29重量部、ポリエチレンワックス (分子量4300, 比重0.924) 10重量部、金属セッケン1重量部、①酸化チタン (メチル水素ポリシロキサン含量0.11%) 60重量部をヘンシェルミキサーにてドライブレンドさせた後、2軸押出機にてマスターバッチを得た。その後上記の評価方法にて分散性評価した。

比較例2

低密度ポリエチレン (比重0.917, MFR 7.2g/10min) 29重量部、ポリエチレンワックス (分子量4300, 比重0.924) 10重量部、金属セッケン1重量部、②酸化チタン (メチル水素ポリシロキサン処理がなされていない) 60重量部で実施例と同様に評価した。

【0017】

20 【表2】

	実施例2	比較例2
分散性 $\Delta P$	4	155

【0018】

【発明の効果】本発明の着色剤組成物を使用することによって、高分散かつ黄変のないポリオレフィン着色成形物を得ることができる。特にフィルム、シートなどの成形品にとっては極めて高い分散性が要求されると同時に耐黄変性も要求されるため本発明によって得られるポリオレフィン着色剤組成物は有用である。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>

C09D 17/00

183/04

識別記号

PUJ

PMS

庁内整理番号

FI

C09D 17/00

183/04

PUJ

PMS

技術表示箇所

(72) 発明者 川村 昌靖

東京都中央区京橋二丁目3番13号東洋インキ製造株式会社内